

10. 2. 2005

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 4 年 2 月 1 0 日

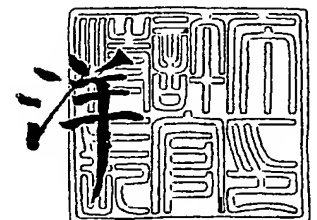
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 3 3 9 1 8
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 3 3 9 1 8]

出 願 人
Applicant(s): 株式会社キャタラー
トヨタ自動車株式会社

2 0 0 5 年 3 月 1 7 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願
【整理番号】 P000014436
【提出日】 平成16年 2月10日
【あて先】 特許庁長官 今井 康夫 殿
【国際特許分類】 F01N 3/02
B01D 39/14

【発明者】
【住所又は居所】 静岡県小笠郡大東町千浜 7 8 0 0 番地 株式会社キャタラー内
【氏名】 辻 誠

【発明者】
【住所又は居所】 静岡県小笠郡大東町千浜 7 8 0 0 番地 株式会社キャタラー内
【氏名】 沖 大祐

【発明者】
【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内
【氏名】 鈴木 重治

【特許出願人】
【識別番号】 000104607
【氏名又は名称】 株式会社キャタラー
【代表者】 中川 哲

【特許出願人】
【識別番号】 000003207
【氏名又は名称】 トヨタ自動車株式会社
【代表者】 齋藤 明彦

【代理人】
【識別番号】 100081776
【弁理士】
【氏名又は名称】 大川 宏
【電話番号】 (052)583-9720

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 009438
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

連続した細孔を有する耐熱性多孔質体よりなる触媒担体基材と、該触媒担体基材の表面上に形成されたパティキュレートを燃焼する触媒層と、を有するフィルタ触媒において、該フィルタ触媒の断面の S E M 写真を電子データ化し、電子データ化された画像において該触媒層の外周を形成するピクセル数と、該触媒層を形成するピクセル数との比が 0.5 以上であることを特徴とするフィルタ触媒。

【請求項 2】

電子データ化された前記画像は、 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ /ピクセルの倍率の画像である請求項 1 記載のフィルタ触媒。

【請求項 3】

連続した細孔を有する耐熱性多孔質体よりなる触媒担体基材と、該触媒担体基材の表面上に形成されたパティキュレートを燃焼する触媒層と、を有するフィルタ触媒の該触媒層の状態を解析するフィルタ触媒の触媒層の解析方法であって、

該フィルタ触媒の断面の S E M 写真を電子データ化し、電子データ化された画像において該触媒層の外周を形成するピクセル数と、該触媒層を形成するピクセル数との比からコート状態を解析することを特徴とするフィルタ触媒の触媒層の解析方法。

【請求項 4】

電子データ化された前記画像は、 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ /ピクセルの倍率の画像である請求項 3 記載のフィルタ触媒の触媒層の解析方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】フィルタ触媒およびその触媒層の解析方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、ディーゼルエンジン等の内燃機関から排出されるガスに含まれている物質のうち少なくともパティキュレートを除去し、排気ガスを浄化するフィルタ触媒に関する。

【背景技術】

【0002】

ディーゼルエンジン等の内燃機関から排出される排気ガスには、パティキュレートが含まれている。パティキュレートには、人体に有害な物質が含まれており、これを除去することが環境上の課題となっている。

【0003】

パティキュレートの除去には、フィルタ触媒が用いられている。フィルタ触媒は、たとえば、特許文献1～4に示されている。従来のフィルタ触媒は、連続した細孔を有する多孔質セラミックスよりなる触媒担体基材上にアルミナ等よりなる担持層に触媒金属が担持してなる触媒層を形成した構造を有している。そして、フィルタ触媒は、触媒担体基材の連続した細孔から形成された通気孔を排気ガスが通過するときに、パティキュレートを捕捉する。多孔質セラミックス上に形成された触媒層が捕捉したパティキュレートを分解する。このとき、フィルタ触媒に排気ガスが通過するだけの通気孔が形成されていないと、捕捉したパティキュレートが堆積し、排気ガスの通過時に圧損が生じる。圧損を抑えるために通気孔を大きくすると、パティキュレートを捕捉できなくなる。

【0004】

従来のフィルタ触媒においては、触媒担体基材上に形成された触媒層が触媒担体基材の細孔の開口径を狭くして通気孔が十分な開口径を有さなくなったり、通気孔が開口しなくなる（閉塞する）という問題があった。具体的には、フィルタ触媒の触媒層は、アルミナ等を有するスラリーを調製し、このスラリーを触媒担体基材に塗布し、乾燥・焼成することで担持層を形成し、その後触媒金属を担持させることで製造されている。スラリーの触媒担体基材への塗布時には、スラリーが触媒担体基材の細孔の内部にまで十分に分散しないため、触媒担体基材の細孔の開口部近傍に偏って存在するようになっていた。この状態で乾燥・焼成して触媒層が形成されるため、通気孔の開口部の縮径や閉塞が生じ、フィルタ触媒として十分な通気孔が形成できなくなっていた。

【特許文献1】特開平9-173866号公報

【特許文献2】特開平9-220423号公報

【特許文献3】特開平9-276708号公報

【特許文献4】特開2002-295228号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は上記実状に鑑みてなされたものであり、触媒層による通気孔の閉塞が抑制されたフィルタ触媒を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記課題を解決するために本発明者らはフィルタ触媒について検討を重ねた結果、触媒担体基材上に触媒層が形成されたフィルタ触媒において断面における触媒層の外周の長さとの断面積の比を0.5以上とすることで上記課題を解決できることを見出した。

【0007】

本発明のフィルタ触媒は、連続した細孔を有する耐熱性多孔質体よりなる触媒担体基材と、触媒担体基材の表面上に形成されたパティキュレートを燃焼する触媒層と、を有するフィルタ触媒において、フィルタ触媒の断面のSEM写真を撮影し、SEM写真に画像処理を施した処理画像において、触媒層の外周を形成するピクセル数と、触媒層を形成する

ピクセル数との比が 0.5 以上であることを特徴とする。

【0008】

また、本発明のフィルタ触媒の触媒層の解析方法は、連続した細孔を有する耐熱性多孔質体よりなる触媒担体基材と、触媒担体基材の表面上に形成されたパティキュレートを経焼する触媒層と、を有するフィルタ触媒の触媒層の状態を解析するフィルタ触媒の触媒層の解析方法であって、フィルタ触媒の断面の SEM 写真を電子データ化し、電子データ化された画像において触媒層の外周を形成するピクセル数と、触媒層を形成するピクセル数との比からコート状態を解析することを特徴とする。

【発明の効果】

【0009】

本発明のフィルタ触媒は、触媒層が触媒担体基材の表面上に均一な厚さで形成されている。触媒層が均一に形成されたことで、触媒層が触媒担体基材の細孔を閉塞しなくなり、通気孔を閉塞しなくなっている。すなわち、本発明のフィルタ触媒は、十分なパティキュレートが堆積したときの圧損の上昇を抑えることができる。さらに、PM との接触面積が増すことから PM の酸化性能が向上する。

【0010】

本発明のフィルタ触媒の触媒層の解析方法は、触媒担体基材の表面上に形成される触媒層のコート状況を解析することができる。すなわち、本発明の解析方法で解析を行うことで、触媒担体基材の表面上に形成された触媒層の厚さの均一性を解析することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

(フィルタ触媒)

本発明のフィルタ触媒は、触媒担体基材と、触媒層と、を有する。

【0012】

触媒担体基材は、連続した細孔を有する耐熱性多孔質体よりなる。フィルタ触媒において触媒担体基材の連続した細孔から排気ガスが通過する通気孔が形成される。

【0013】

触媒層は、触媒担体基材の表面上に形成されパティキュレートを捕捉するとともに捕捉したパティキュレートを燃焼する。触媒層がパティキュレートを捕捉し燃焼することで、フィルタ触媒が捕捉したパティキュレートを除去できる。

【0014】

本発明のフィルタ触媒は、フィルタ触媒の断面の SEM 写真を撮影し、SEM 写真に画像処理を施した処理画像において、触媒層の外周を形成するピクセル数と、触媒層を形成するピクセル数との比が 0.5 以上である。すなわち、フィルタ触媒の断面における触媒層の外周の長さ、触媒層の面積の比が 0.5 以上である。なお、フィルタ触媒の断面における触媒層の外周とは、触媒層の表面だけでなく触媒層と触媒担体基材の界面も含む。触媒層の外周の長さ、触媒層の面積の比が 0.5 以上となることで、触媒層が触媒担体基材の表面上に均一に形成され、触媒層の厚さにかたよりが生じなくなる。触媒層の外周の長さ、触媒層の面積の比が 0.5 未満となると、触媒担体基材の細孔を触媒層が閉塞したり、十分な開口径を有さない通気孔を規制したり、触媒層が形成されずに触媒担体基材が露出するようになり、フィルタ触媒として用いられたときに圧損が大きくなるばかりでなく、PM との接触面積が小さくなり PM の酸化性能が低下する。

【0015】

一般的に、同じ面積の図形においては、その図形の形状が平たくなる（扁平化する）ほど、外周長さ／面積の比が大きくなる。外周長さ／面積の比が最も小さな図形は円である。そして、このことをフィルタ触媒の触媒層の断面に当てはめると、触媒層の断面面積が図形の面積に相当し、図形の外周長さが触媒層の断面の外周の長さに相当する。触媒層は、フィルタ触媒において捕捉されたパティキュレートを燃焼するために十分な担持量で触媒担体基材上に形成されており、ある一定以上の断面面積を有することとなる。そして、触媒担体基材の表面上の触媒層が一定の断面面積を有するときに、触媒層の外周の長さ／面積の

比が小さくなる（触媒層の外周の長さが短くなる）と、触媒担体基材の表面における触媒層の厚さが厚くなり、触媒担体基材の対向した細孔の壁面に触媒層が到達して触媒担体基材の細孔を閉塞するようになる（図1および2に示した状態）。対して、触媒層の外周の長さ／面積の比が大きくなる（触媒層の外周の長さが長くなる）と、触媒担体基材の表面における触媒層の厚さが薄くなり、触媒担体基材の表面を被覆する被覆面積が増加する。そして、触媒層の外周の長さ／面積の比が0.5以上となると、触媒担体基材の表面を露出させることなく表面上に均一に触媒層が形成されるようになる（図3に示した状態）。触媒担体基材の表面上に均一に触媒層が形成されると、フィルタ触媒は、十分な触媒層量を有しかつ十分な開口量の通気孔を有することとなる。なお、上記した図2および3は、図1のフィルタ触媒のセル壁を拡大した拡大図と同様な拡大図である。

【0016】

フィルタ触媒の断面における触媒層の外周の長さおよび触媒層の面積は、フィルタ触媒の断面のSEM写真を電子データ化し、その画像におけるピクセル数から求める。SEM写真からフィルタ触媒の断面における触媒層の外周の長さおよび面積を得ることで、触媒層の外周の長さおよび面積の比を求めることができる。なお、画像処理が施される電子データ化されたSEM写真は、プリントされたSEM写真をスキャナで取り込む方法や、撮影データを直接電子データ化して用いてもよい。

【0017】

ピクセル数を数えられる画像は、 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ ／ピクセルの倍率の画像である。より好ましくは、 $1.6 \sim 2 \mu\text{m}$ ／ピクセルの画像である。

【0018】

本発明のフィルタ触媒は、触媒担体基材および触媒層を有し、上記構成を有するものであればその材質および製造方法が特に限定されるものではない。

【0019】

触媒担体基材は、従来のフィルタ触媒において触媒担体基材として用いられている基材を用いることができる。たとえば、コーディエライト、SiC、その他の耐熱性のセラミックスよりなるウォールフローDPF（ディーゼルパーティキュレートフィルタ）、セラミックスフォームフィルタ、メタル不織布DPFを用いることができる。

【0020】

触媒層は、フィルタ触媒が捕捉したパーティキュレートを燃焼できるものであれば特に限定されるものではない。触媒層は、耐熱性無機酸化物よりなる担持層と、担持層に担持された触媒金属と、からなることが好ましい。

【0021】

担持層を形成する耐熱性無機酸化物としては、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 CeO_2 などの遷移金属酸化物、希土類元素酸化物、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物やこれらの複合酸化物の一種以上をあげることができる。また、触媒金属としては、Pt、Pd、Rh、Ir、Ag、Au等の貴金属の少なくとも一種をあげることができる。

【0022】

本発明のフィルタ触媒は、たとえば、以下の製造方法により製造することができる。

【0023】

まず、担持層の原料となる酸化物からスラリーを調製する。このとき、スラリーを構成する酸化物は、酸化物の全体量を100wt%としたときに、 $1 \mu\text{m}$ 以下の粒径の粒子が70wt%以上となるように調製された。

【0024】

このスラリーを触媒担体基材にコートした。触媒担体基材の（見かけの）容積1リットルあたりのコート量（酸化物換算）が、 $1 \mu\text{m}$ 以下の粒径の粒子が70～90wt%の場合には150g以下が好ましく、90wt%を超えると200g以下であることが好ましい。スラリーのコート量は、コートの前後の重量から求めた。

【0025】

触媒担体基材へのスラリーのコートは、スラリーを触媒担体基材の表面に塗布した後に、過剰なスラリーを取り除き、スラリーを乾燥させた後に焼成することによってなされた。スラリーのコートにより担持層が形成された。つづいて、触媒金属水溶液に浸漬、焼成して触媒金属を担持させた。

【0026】

以上の手順により、本発明のフィルタ触媒を製造することができる。

【0027】

(フィルタ触媒の触媒層の解析方法)

本発明のフィルタ触媒の触媒層の解析方法は、連続した細孔を有する耐熱性多孔質体よりなる触媒担体基材と、触媒担体基材の表面上に形成されたパーティキュレートを燃焼する触媒層と、を有するフィルタ触媒の触媒層の状態を解析するフィルタ触媒の触媒層の解析方法である。そして、フィルタ触媒の断面のSEM写真を電子データ化し、電子データ化された画像において触媒層の外周を形成するピクセル数と、触媒層を形成するピクセル数との比からコート状態を解析する。

【0028】

上記したように、フィルタ触媒において触媒担体基材上に形成された触媒層の厚さの均一性は、フィルタ触媒の浄化性能に高い相関性を有している。すなわち、触媒層の厚さの均一性が高いことが求められている。

【0029】

そして、上記したように、触媒層の厚さの均一性は、触媒層の断面における外周長さ／面積の比で規定できる。触媒層の外周の長さ／面積の比が小さくなる（触媒層の外周の長さが短くなる）と、触媒担体基材の表面における触媒層の厚さが厚くなり、触媒層の厚さの均一性が低下する。触媒層の外周の長さ／面積の比が大きくなる（触媒層の外周の長さが長くなる）と、触媒担体基材の表面における触媒層の厚さが薄くなり、触媒担体基材の表面を被覆する被覆面積が増加し、触媒層の均一性が向上する。

【0030】

フィルタ触媒の断面における触媒層の外周の長さおよび触媒層の面積は、フィルタ触媒の断面のSEM写真を電子データ化し、その画像におけるピクセル数から求める。SEM写真からフィルタ触媒の断面における触媒層の外周の長さおよび面積を得ることで、触媒層の外周の長さおよび面積の比を求めることができる。なお、画像処理が施される電子データ化されたSEM写真は、プリントされたSEM写真をスキャナで取り込む方法や、撮影データを直接電子データ化して用いてもよい。

【0031】

ピクセル数を数えられる画像は、1～3 μm ／ピクセルの倍率の画像である。より好ましくは、1.6～2 μm ／ピクセルの画像である。

【実施例】

【0032】

(実施例1)

まず、アルミナ (Al_2O_3) 粉末 750 g、チタニア (TiO_2) 粉末 750 g、水 2000 g を秤量し、両粉末よりなる混合粉末を水に投入、攪拌して分散させ、湿式ミリングを施してスラリーを調製した。混合粉末全体を 100 wt % としたときに、1 μm 以下の粒径の粒子が 77 % となっていた。

【0033】

つづいて、スラリーを触媒担体基材にコートした。触媒担体基材 1 は、厚さが 300 μm のセル壁で区画されたセルを 48 セル / cm^2 (約 300 セル / inch^2) で軸方向に有する略円柱状の見かけの容積が 2 リットルのコーディエライト製の触媒担体基材 (デンソー製) である。この触媒担体基材 1 は、各セルの両端部に形成された 2 つの開口部のうち 1 つは、封止材によって交互に封止されている。つまり、多数あるセルのうち、約半数のものは一方の端面において開口し、残りのものは他方の端面において開口している。触媒担体基材の端面において、封止されたセル 2 と開口したセル 3 とが交互に並んでいる。

従って、触媒担体基材の端面は、市松模様状になっている。触媒担体基材を図4に示した。

【0034】

スラリーの触媒担体基材へのコートは、スラリー中に触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に過剰なスラリーを除去した後に、乾燥、焼成することで行われた。なお、本実施例において過剰なスラリーの除去は、両端の圧力差が10 KPaとなるようにした状態で5～30秒間保持してスラリーを吸引し、その後、他方の端部側を常圧に戻し5～30秒間保持する圧力変動を繰り返すことでなされた。この圧力変動は、触媒担体基材に塗布されたスラリーが所定の重量となるまで繰り返された。なお、本実施例の製造時における圧力変動は、両端部のそれぞれの端部側からスラリーの吸引を行ったため2回であった。また、焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。

【0035】

スラリーがコートされた触媒担体基材の重さを測定したところ、スラリーのコート前より300 g増加していた。すなわち、触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり150 gの担持量で担持層が形成された。このとき、アルミナおよびチタニアは、それぞれ触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり75 gの担持量で担持された。

【0036】

そして、1.5 g/LでPtを含むPt硝酸塩水溶液を調製し、スラリーがコートされた触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に乾燥、焼成した。焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり3 gの担持量でPtが担持された。

【0037】

以上の手順により、実施例1のフィルタ触媒が製造された。

【0038】

(実施例2)

スラリーの酸化物をチタニアのみで150 gとした以外は、実施例1と同様にして本実施例のフィルタ触媒を製造した。

【0039】

チタニア粉末1500 g、水2000 gを秤量し、チタニア粉末を水に投入、攪拌して分散させ、湿式ミリングを施してスラリーを調製した。チタニア粉末全体を100 wt%としたときに、1 μm以下の粒径の粒子が75%となっていた。

【0040】

スラリーを実施例1において用いられたものと同じ触媒担体基材にコートした。スラリーの触媒担体基材へのコートは、スラリー中に触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に過剰なスラリーを除去し後に、乾燥、焼成することで行われた。なお、本実施例においてスラリーの除去は、両端の圧力差が10 KPaとなるようにした状態で5～30秒間保持してスラリーを吸引し、その後、他方の端部側を常圧に戻し5～30秒間保持する圧力変動を繰り返すことでなされた。この圧力変動は、触媒担体基材に塗布されたスラリーが所定の重量となるまで繰り返された。なお、本実施例の製造時には、実施例1のときと同様に圧力変動は2回であった。また、焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。

【0041】

スラリーがコートされた触媒担体基材の重さを測定したところ、スラリーのコート前より300 g増加していた。すなわち、触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり150 gの担持量でチタニアが担持された。

【0042】

そして、1.5 g/LでPtを含むPt硝酸塩水溶液を調製し、スラリーがコートされた触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に乾燥、焼成した。焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり3 gの担持量でPtが担持された。

【0043】

以上の手順により、実施例2のフィルタ触媒が製造された。

【0044】

(実施例3)

スラリーの酸化物をアルミナのみで1500gとした以外は、実施例1と同様にして本実施例のフィルタ触媒を製造した。

【0045】

アルミナ粉末1500g、水2000gを秤量し、アルミナ粉末を水に投入、攪拌して分散させ、湿式ミリングを施してスラリーを調製した。アルミナ粉末全体を100wt%としたときに、1 μ m以下の粒径の粒子が75%となっていた。

【0046】

スラリーを実施例1において用いられたものと同じ触媒担体基材にコートした。スラリーの触媒担体基材へのコートは、スラリー中に触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に過剰なスラリーを除去した後に、乾燥、焼成することで行われた。なお、本実施例においてスラリーの除去は、両端の圧力差が10KPaとなるようにした状態で5~30秒間保持してスラリーを吸引し、その後、他方の端部側を常圧に戻し5~30秒間保持する圧力変動を繰り返すことでなされた。この圧力変動は、触媒担体基材に塗布されたスラリーが所定の重量となるまで繰り返された。なお、本実施例の製造時には、実施例1のときと同様に圧力変動は2回であった。また、焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。

【0047】

スラリーがコートされた触媒担体基材の重さを測定したところ、スラリーのコート前より300g増加していた。すなわち、触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり150gの担持量でアルミナが担持された。

【0048】

そして、1.5g/LでPtを含むPt硝酸塩水溶液を調製し、コートされた触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に乾燥、焼成した。焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり3gの担持量でPtが担持された。

【0049】

以上の手順により、実施例3のフィルタ触媒が製造された。

【0050】

(実施例4)

アルミナ粉末750g、チタニア粉末750g、水2000gを秤量し、両粉末よりなる混合粉末を水に投入、攪拌して分散させ、湿式ミリングを施してスラリーを調製した。混合粉末全体を100wt%としたときに、1 μ m以下の粒径の粒子が94%となっていた。

【0051】

スラリーを実施例1において用いられたものと同じ触媒担体基材にコートした。スラリーの触媒担体基材へのコートは、スラリー中に触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に過剰なスラリーを除去した後に、乾燥、焼成することで行われた。なお、本実施例においてスラリーの除去は、両端の圧力差が10KPaとなるようにした状態で5~30秒間保持してスラリーを吸引し、その後、他方の端部側を常圧に戻し5~30秒間保持する圧力変動を繰り返すことでなされた。この圧力変動は、触媒担体基材に塗布されたスラリーが所定の重量となるまで繰り返された。なお、本実施例の製造時には、実施例1のときと同様に圧力変動は2回であった。また、焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。

【0052】

スラリーがコートされた触媒担体基材の重さを測定したところ、スラリーのコート前より400g増加していた。すなわち、触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり200gの担持量で酸化物が担持された。このとき、アルミナおよびチタニアは、それぞれ触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり100gの担持量で担持された。

【0053】

そして、1.5 g/LでPtを含むPt硝酸塩水溶液を調製し、スラリーがコートされた触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に乾燥、焼成した。焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり3 gの担持量でPtが担持された。

【0054】

以上の手順により、実施例4のフィルタ触媒が製造された。

【0055】

(比較例)

アルミナ粉末750 g、チタニア粉末750 g、水2000 gを秤量し、両粉末よりなる混合粉末を水に投入、攪拌して分散させ、湿式ミリングを施してスラリーを調製した。混合粉末全体を100 wt %としたときに、1 μm以下の粒径の粒子が77%となっていた。

【0056】

つづいて、スラリーを実施例1において用いられたものと同じ触媒担体基材にコートした。スラリーの触媒担体基材へのコートは、スラリー中に触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に過剰なスラリーを吹き払った後に、乾燥、焼成することで行われた。なお、本実施例においてスラリーの吹き払いは、実施例1と同じ方法で行われた。また、焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。

【0057】

スラリーがコートされた触媒担体基材の重さを測定したところ、スラリーのコート前より400 g増加していた。すなわち、触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり200 gの担持量で酸化物が担持された。このとき、アルミナおよびチタニアは、それぞれ触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり100 gの担持量で担持された。

【0058】

そして、1.5 g/LでPtを含むPt硝酸塩水溶液を調製し、スラリーがコートされた触媒担体基材を浸漬し、引き出した後に乾燥、焼成した。焼成は、500℃で1時間加熱することで行われた。触媒担体基材の見かけの容積1リットルあたり3 gの担持量でPtが担持された。

【0059】

以上の手順により、比較例のフィルタ触媒が製造された。

【0060】

なお、本比較例は、触媒層を製造するときに用いられた粉末粒子のうち1 μm以下の粒径の粒子の量が少なくなっている。

【0061】

(フィルタ触媒の観察)

まず、実施例および比較例のフィルタ触媒を軸方向に切断し、セル壁の断面のSEM写真(100倍)を撮影した。このSEM写真においては、100 μmが1 cmに拡大されている。

【0062】

つづいて、SEM写真をスキャナを用いて電子データ化した。1 cmあたり55ピクセルの解像度(1.8 μm/ピクセル)でスキャナ(エプソン製、商品名: ES-9000 H)を作動させて電子データ化を行った。

【0063】

電子データ化されたSEM写真に画像処理を施して、触媒層を抽出した。触媒層の抽出は、輝度による二値化で行われた。そして、触媒層の面積をピクセル数で測定する。

【0064】

つづいて、触媒層の外周の輪郭部分を抽出し、そのピクセル数を測定した。

【0065】

実施例1のフィルタ触媒の電子データ化したSEM写真を図5に、触媒層を抽出した処理画像を図6に、触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像を図7に示した。電子デー

タ化した。

【0066】

実施例2のフィルタ触媒の電子データ化したSEM写真を図8に、触媒層を抽出した処理画像を図9に、触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像を図10に示した。

【0067】

実施例3のフィルタ触媒の電子データ化したSEM写真を図11に、触媒層を抽出した処理画像を図12に、触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像を図13に示した。

【0068】

実施例4のフィルタ触媒の電子データ化したSEM写真を図14に、触媒層を抽出した処理画像を図15に、触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像を図16に示した。

【0069】

比較例のフィルタ触媒の電子データ化したSEM写真を図17に、触媒層を抽出した処理画像を図18に、触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像を図19に示した。

【0070】

触媒層の面積および外周のピクセル数の測定結果を表1に示した。なお、(触媒層のピクセル数) / (外周の輪郭部分のピクセル数) で示される値を触媒層の均一性として表1に示した。

【0071】

さらに、実施例および比較例のフィルタ触媒の平均細孔径および気孔率を測定し、表1にあわせて示した。平均細孔径および気孔率の測定は、水銀ポロシメータ（島津製作所製、商品名：オートポアー9200）を用いて行われた。なお、細孔構造の測定における水銀ポロシメータの操作は、0～200MPaの間で水銀圧入圧力を上昇させていくことで行われた。

【0072】

【表1】

	触媒層ピクセル数	触媒層外周ピクセル数	均一性	平均細孔径 (μm)	気孔率 (%)
実施例1	17190	10865	0.632	17.2	55.9
実施例2	17927	11477	0.640	19.5	54.1
実施例3	17990	9521	0.535	18	55
実施例4	23286	14481	0.622	17.5	53.2
比較例	29597	13258	0.448	16.3	53

【0073】

表1より、実施例のフィルタ触媒は0.5以上の均一性を有しているが、比較例のフィルタ触媒の均一性は0.448と低い値となっている。また、この均一性は、平均細孔径や気孔率によらないことがわかる。

【0074】

(圧損の測定)

実施例および比較例のフィルタ触媒の圧損を測定した。

【0075】

まず、排気量が2リットルの加給式直噴ディーゼルエンジンを有する車両の排気系に（圧損を測定される）フィルタ触媒を設置した。このとき、排気系のフィルタ触媒の前には圧力センサが取り付けられている。そして、1800rpmの回転数での定常運転を行った。フィルタ触媒に約1gのパティキュレートが堆積した時点での圧力センサの測定値から圧損を測定し、測定結果を図20に示した。二つの圧力センサの測定値の差を圧損とした。なお、パティキュレートの堆積の判断は、エンジンの運転時間を一定とし、測定後

の重量増加を確認することで行った。本実施例においては、エンジンの運転時間で30分ごとに重量増加を確認した。

【0076】

図20より、各実施例のフィルタ触媒は、比較例のフィルタ触媒よりも圧損が低くなっている。このことは、触媒層の高い均一性は、フィルタ触媒の使用時に圧損を生じにくくしていることがわかる。

【0077】

さらに、平均細孔径、気孔率、均一性のそれぞれと圧損との関係を図21～23に示した。

【0078】

図21より、(触媒層のピクセル数) / (外周の輪郭部分のピクセル数) で示される触媒層の均一性と圧損とは、高い相関関係を有していることがわかる。これに対し、図22に示された平均細孔径と圧損、図23に示された気孔率と圧損とは、相関関係が見られない。

【0079】

以上、説明したように、各実施例のフィルタ触媒は、パーティキュレートが堆積しても圧損の上昇が低く抑えられている。すなわち、エンジンに対して負荷の少ないフィルタ触媒となっている。

【図面の簡単な説明】

【0080】

【図1】触媒層にムラがあるフィルタ触媒の拡大断面図である。

【図2】触媒層にムラがあるフィルタ触媒の拡大断面図である。

【図3】本発明のフィルタ触媒の拡大断面図である。

【図4】触媒担体基材の端面を示した上面図である。

【図5】実施例1のフィルタ触媒のSEM写真である。

【図6】実施例1のフィルタ触媒の触媒層を抽出した処理画像である。

【図7】実施例1のフィルタ触媒の触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像である。

【図8】実施例2のフィルタ触媒のSEM写真である。

【図9】実施例2のフィルタ触媒の触媒層を抽出した処理画像である。

【図10】実施例2のフィルタ触媒の触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像である。

【図11】実施例3のフィルタ触媒のSEM写真である。

【図12】実施例3のフィルタ触媒の触媒層を抽出した処理画像である。

【図13】実施例3のフィルタ触媒の触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像である。

【図14】実施例4のフィルタ触媒のSEM写真である。

【図15】実施例4のフィルタ触媒の触媒層を抽出した処理画像である。

【図16】実施例4のフィルタ触媒の触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像である。

【図17】比較例のフィルタ触媒のSEM写真である。

【図18】比較例のフィルタ触媒の触媒層を抽出した処理画像である。

【図19】比較例のフィルタ触媒の触媒層の外周の輪郭部分を抽出した処理画像である。

【図20】フィルタ触媒の圧損の測定結果を示したグラフである。


【図21】触媒層の均一性と圧損との関係を示したグラフである。

【図22】触媒層の平均細孔径と圧損との関係を示したグラフである。

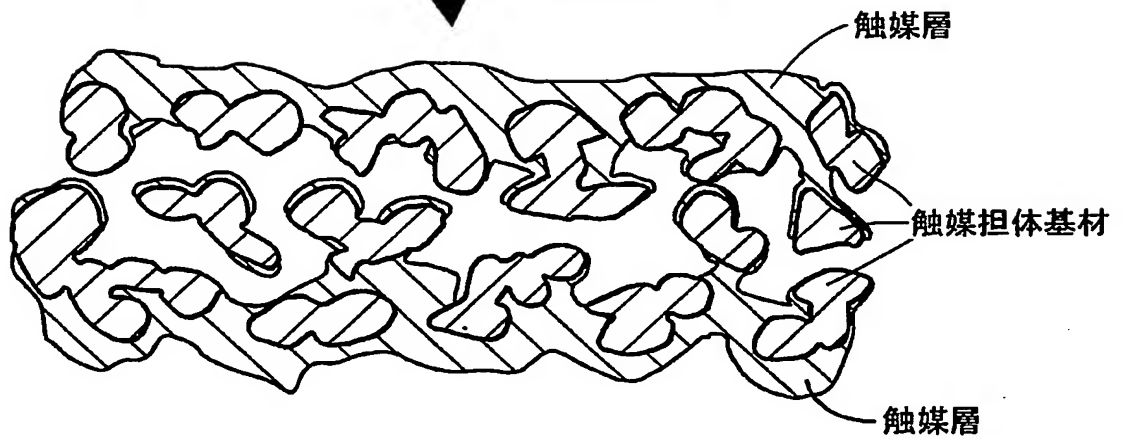
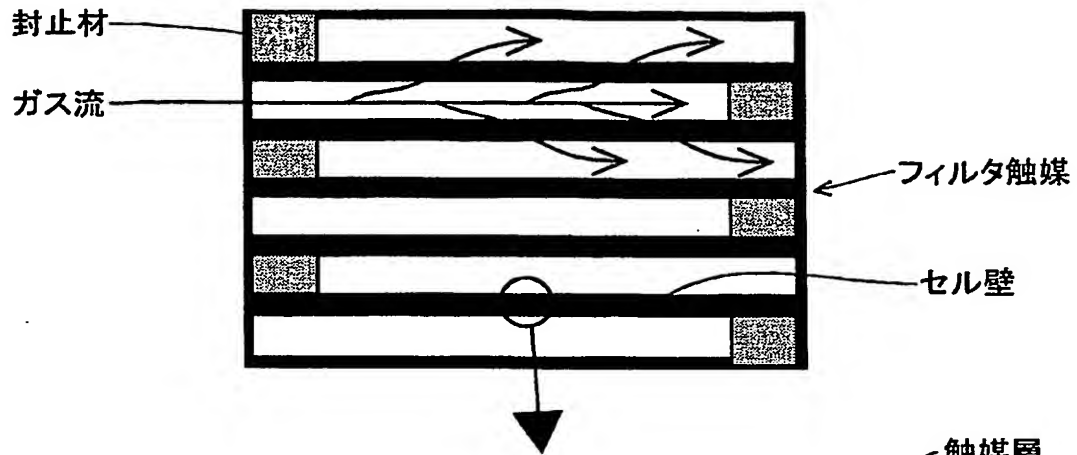
【図23】触媒層の気孔率と圧損との関係を示したグラフである。

【符号の説明】

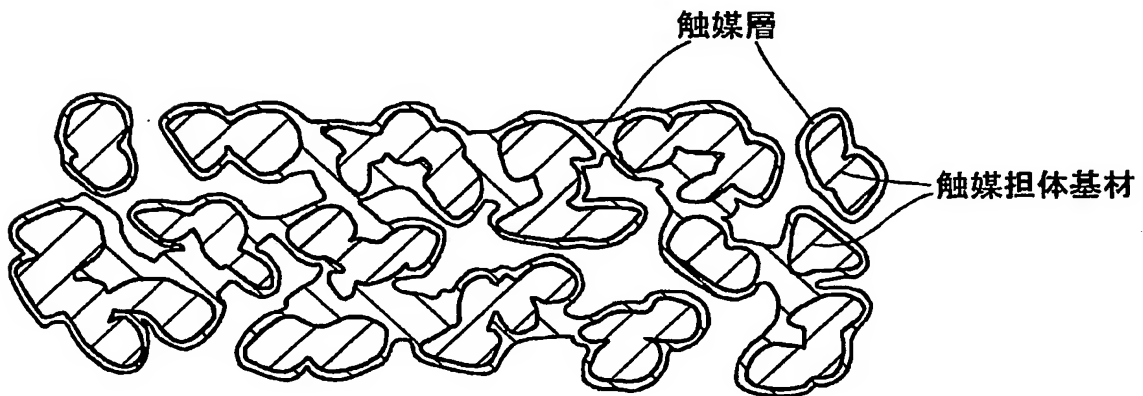
【0081】

- 
- 1…触媒担体基材
 - 2…封止されたセル
 - 3…開口したセル

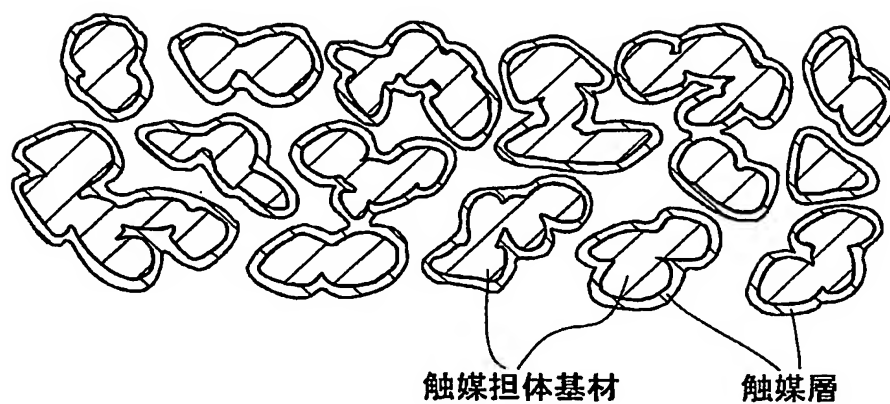
【書類名】図面
【図1】



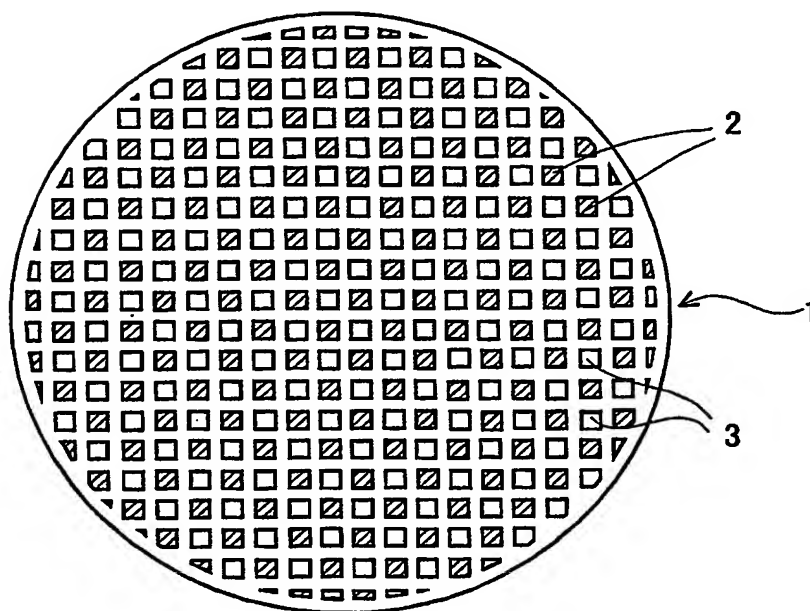
【図2】



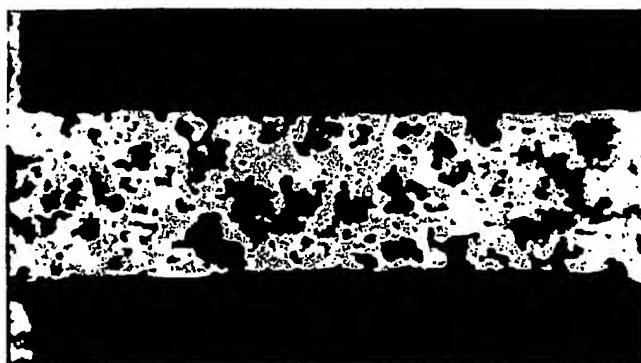
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【図 6】



【図 7】



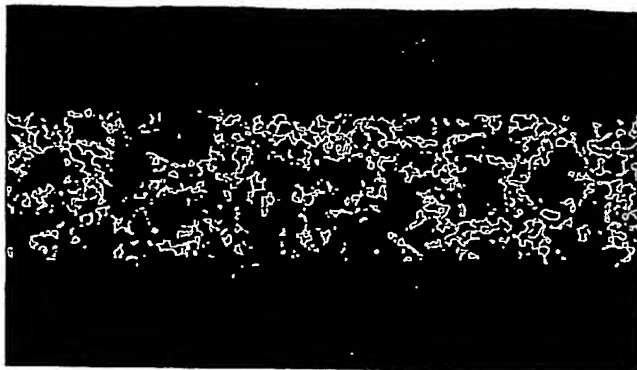
【図 8】



【図 9】



【図 10】



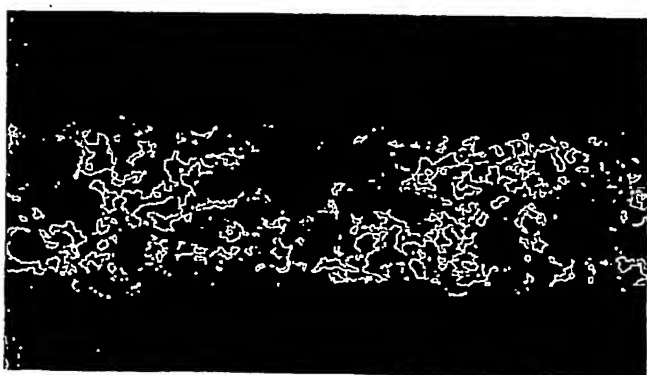
【図 11】



【図 12】



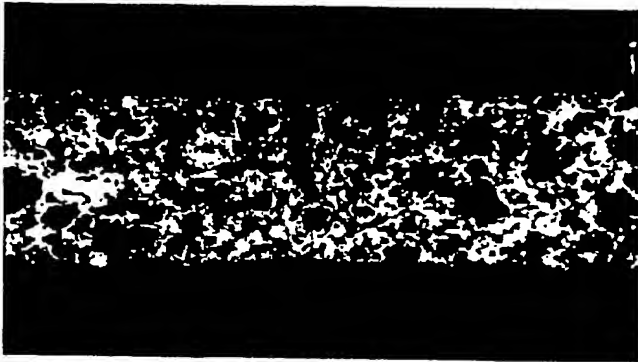
【図 13】



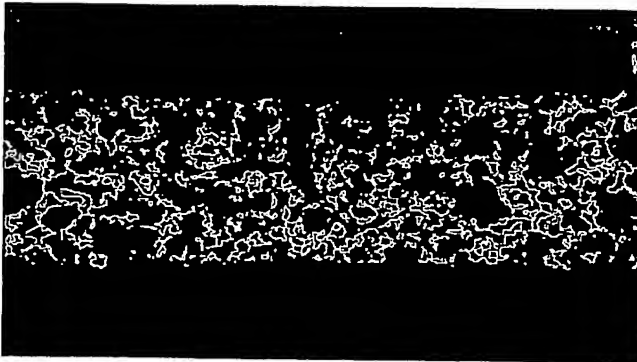
【図 14】



【図 15】



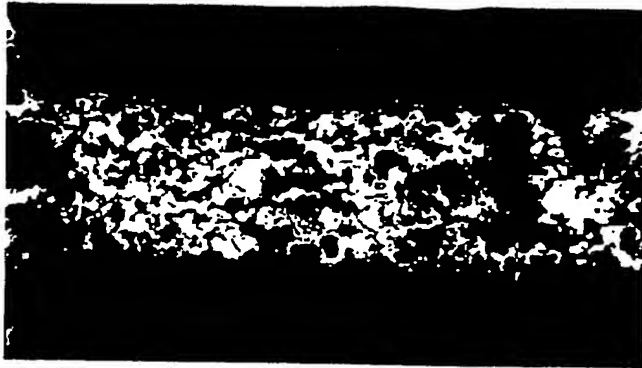
【図 16】



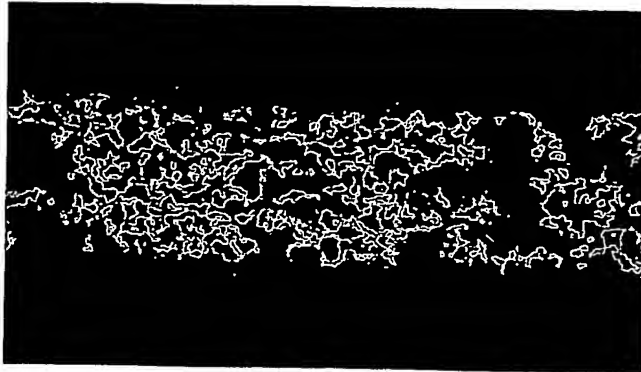
【図 17】



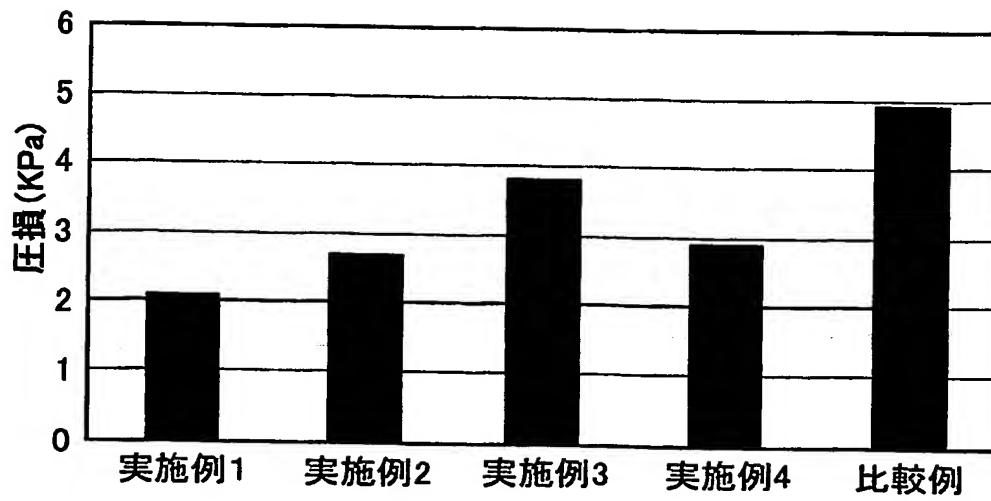
【図18】



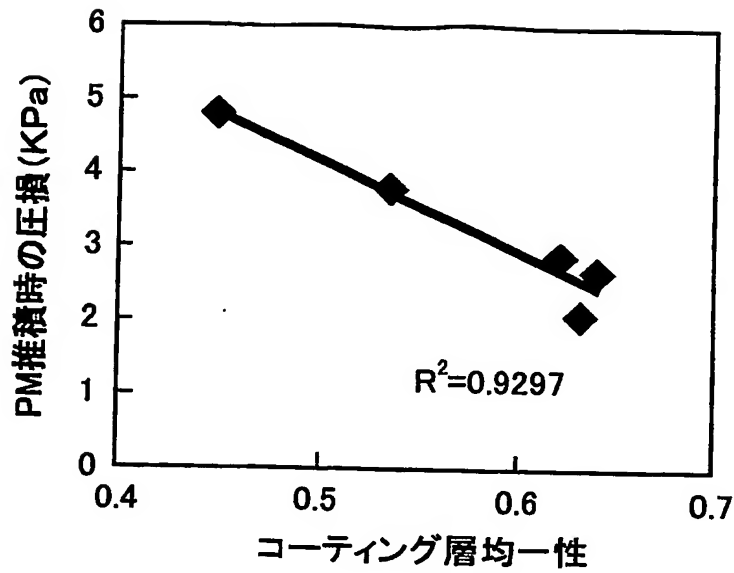
【図19】



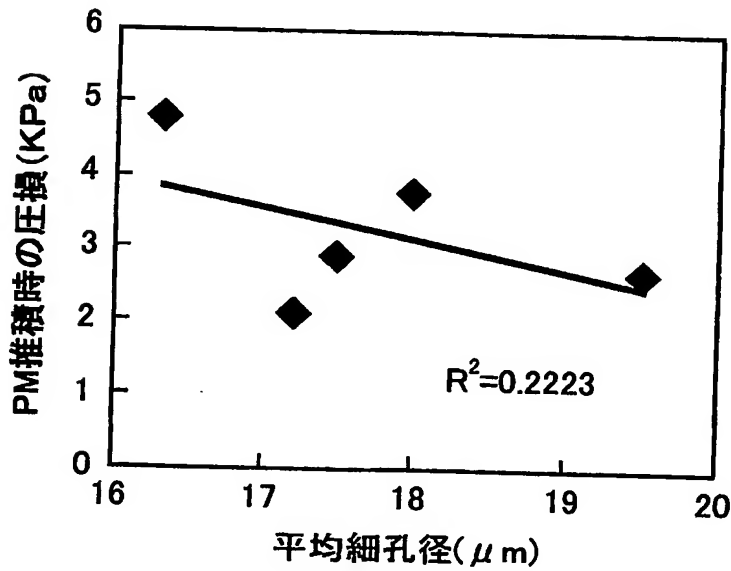
【図20】



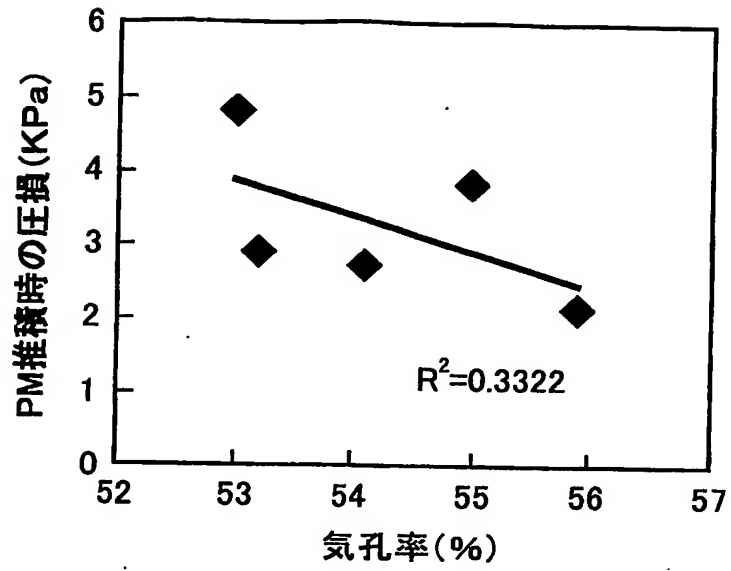
【図 2 1】



【図 2 2】



【図 23】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 触媒層による通気孔の閉塞が抑制されたフィルタ触媒を提供すること。

【解決手段】 本発明のフィルタ触媒は、触媒担体基材と、触媒層と、を有するフィルタ触媒において、フィルタ触媒の断面のSEM写真を撮影し、SEM写真に画像処理を施した処理画像において、触媒層の外周を形成するピクセル数と、触媒層を形成するピクセル数との比が0.5以上であることを特徴とする。本発明の解析方法は、フィルタ触媒の断面に画像処理を施して触媒層の外周を形成するピクセル数と、触媒層を形成するピクセル数との比を求める。本発明のフィルタ触媒は、十分なパーティキュレートが堆積したときの圧損の上昇を抑えることができる効果を有する。また、本発明の解析方法は、フィルタ触媒の触媒層の均一性を解析できる。

【選択図】 なし

特願 2004-033918

ページ: 1

出願人履歴情報

識別番号

[000104607]

1. 変更年月日

1998年10月16日

[変更理由]

名称変更

住所

静岡県小笠郡大東町千浜7800番地

氏名

株式会社キャタラー



特願 2004-033918

ページ: 2/E

出願人履歴情報

識別番号

[000003207]

1. 変更年月日
[変更理由]

1990年 8月27日

新規登録

住所
氏名

愛知県豊田市トヨタ町1番地
トヨタ自動車株式会社

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002530

International filing date: 10 February 2005 (10.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-033918
Filing date: 10 February 2004 (10.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 31 March 2005 (31.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse